

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-074109
 (43)Date of publication of application : 16.03.1999

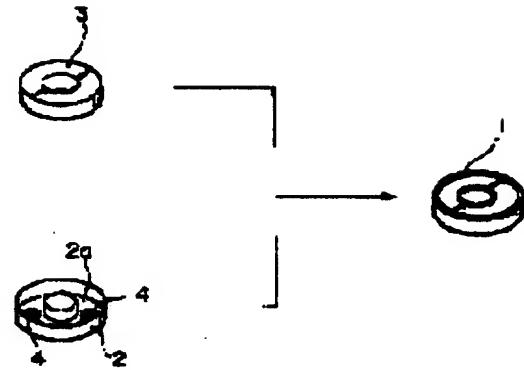
(51)Int.CI. H01F 1/153
 B22F 1/00
 B22F 3/105
 C22C 38/00
 C22C 45/02
 H01F 27/24

(21)Application number : 09-233065 (71)Applicant : ALPS ELECTRIC CO LTD
 INOUE AKIHISA
 (22)Date of filing : 28.08.1997 (72)Inventor : MIZUSHIMA TAKAO
 MAKINO TERUHIRO
 INOUE AKIHISA

(54) BULK MAGNETIC CORE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a bulk magnetic core of which the core loss is small.
SOLUTION: A bulk magnetic core 1, having a magnetic core main body produced by sintering a powder of an Fe-based soft magnetic metallic glass alloy or a magnetic core main body 3 produced by casting a molten Fe-based soft magnetic metallic glass alloy into a specified mold and cooling and solidifying the alloy, is adopted. The Fe-based soft magnetic metallic glass alloy is characterized in that the temperature interval ΔT_x of supercooled liquid which is expressed by a formula $\Delta T_x = T_x - T_g$ (where T_x is the crystallization starting temperature, and T_g is the transition temperature of glass) is at least 20 K, and the resistivity is at least 1.5 $\mu\Omega\text{m}$.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.02.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted] withdrawal

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-74109

(43)公開日 平成11年(1999)3月16日

(51)Int.Cl.⁶

H 01 F 1/153
 B 22 F 1/00
 3/105
 C 22 C 38/00 303
 45/02

識別記号

F I

H 01 F 1/14 C
 B 22 F 1/00 Y
 C 22 C 38/00 303 S
 45/02 A
 B 22 F 3/10 N

審査請求 未請求 請求項の数 6 O.L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-233065

(22)出願日 平成9年(1997)8月28日

(71)出願人 000010098

アルプス電気株式会社

東京都大田区雪谷大塚町1番7号

(71)出願人 591112625

井上 明久

宮城県仙台市青葉区川内元支倉35番地 川
内住宅11-806

(72)発明者 水嶋 隆夫

東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプ
ス電気株式会社内

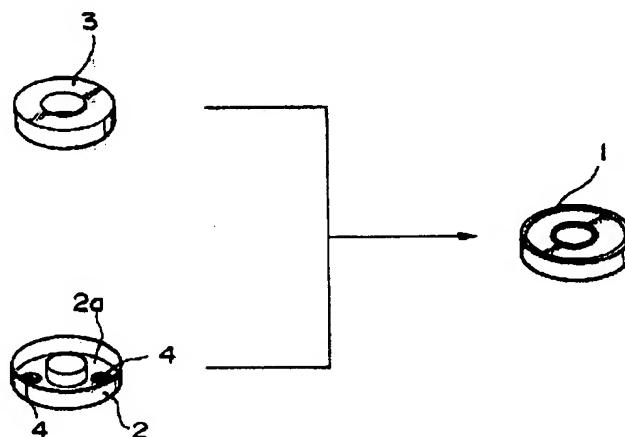
(74)代理人 弁理士 志賀 正武 (外12名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 パルク磁心

(57)【要約】

【課題】 コアロスが小さいパルク磁心を提供する。
 【解決手段】 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上であり、比抵抗が $1.5 \mu \Omega \text{m}$ 以上であることを特徴とする Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなる磁心本体、若しくは、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の溶湯が所定の型に流し込まれて冷却固化されてなる磁心本体 3 を備えるパルク磁心 1 を採用する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20K 以上であり、比抵抗が $1.5 \mu \Omega \text{m}$ 以上であることを特徴とする Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とするバルク磁心。

【請求項2】 請求項1に記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末が、放電プラズマ焼結法により、昇温速度 $40^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上で昇温して焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とするバルク磁心。

【請求項3】 請求項1に記載の Fe 基軟磁性金属ガラス合金の溶湯が冷却固化されてなる磁心本体を備えることを特徴とするバルク磁心。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金が Fe 以外の他の金属元素と半金属元素とを含有してなり、前記他の金属元素として Al、Ga、In、Sn のうちの 1 種または 2 種以上が含有され、前記半金属元素として、P、C、B、Ge、Si のうちの 1 種または 2 種以上が含有されてなることを特徴とするバルク磁心。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成が、それぞれ原子%で

Al : 1 ~ 10

Ga : 0.5 ~ 4

P : 0 ~ 15

C : 2 ~ 7

B : 2 ~ 10

Fe : 残部

であることを特徴とするバルク磁心。

【請求項6】 請求項1～4のいずれかに記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成が、それぞれ原子%で

Al : 1 ~ 10

Ga : 0.5 ~ 4

P : 0 ~ 15

C : 2 ~ 7

B : 2 ~ 10

Si : 0 ~ 15

Fe : 残部

であることを特徴とするバルク磁心。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、トランス、チョークコイル、磁気センサ等に使用される Fe 基軟磁性金属ガラス合金を備えたバルク磁心に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、トランスやチョークコイル、磁気

センサなどの磁心材料として、50%Ni-Fe パーマロイ磁心や、80%Ni-Fe パーマロイ磁心、ケイ素鋼が用いられてきた。しかし、これらの磁性材料からなる磁心は、特に高周波帯域におけるコアロスが大きく、数 10 kHz 以上の周波数帯域では磁心の温度上昇が激しく、使用が困難であるという課題があった。

【0003】 そこで最近では、コアロスが小さく角形比が高い Co 基アモルファス合金の薄帯、若しくは飽和磁束密度と最大透磁率が高い Fe 基アモルファス合金の薄帯を、トロイダル状に巻回してなる磁心本体や、所定の形状に打ち抜いたものを積層してなる磁心本体を備えた積層磁心が用いられている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、上述の薄帯を巻回、若しくは積層する際には、薄帯の表面の凹凸のために、隣り合う薄帯の間に $3 \mu \text{m}$ 程度の隙間が生じる。このようにアモルファス合金の薄帯を積層してなる磁心においては、薄帯表面の凹凸に依存してコア材料の磁心に占める割合、即ち占積率が低下するという課題があった。また、上述の薄帯を粉碎して得た原料粉末を焼結してバルク状に固化形成する方法が開発されているが、焼結の際に原料粉末が結晶化しないように比較的低温で焼結しなければならないため、高密度の磁心が得られず、コアロスが大きくなってしまうという課題があった。

【0005】 本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、コアロスが小さいバルク磁心を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記の目的を達成するために、本発明は以下の構成を採用した。本発明のバルク磁心は、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20K 以上であり、比抵抗が $1.5 \mu \Omega \text{m}$ 以上であることを特徴とする Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末が焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とする。また、本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末が、放電プラズマ焼結法により、昇温速度 $40^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上で昇温して焼結されてなる磁心本体を備えることを特徴とする。更に、Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末を、放電プラズマ焼結法によって焼結してバルク磁心を得る際においては、焼結温度が、結晶化開始温度を T_x 、焼結温度を T とした場合に $T \leq T_x$ の関係を満足する温度範囲とすることが好ましい。更にまた、本発明のバルク磁心は、先に記載の Fe 基軟磁性金属ガラス合金の溶湯が冷却固化されてなる磁心本体を備えることを特徴とする。

【0007】 本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金が Fe

以外の他の金属元素と半金属元素とを含有してなり、前記他の金属元素として Al、Ga、In、Sn のうちの 1 種または 2 種以上が含有され、前記半金属元素として、P、C、B、Ge、Si のうちの 1 種または 2 種以上が含有されてなることを特徴とする。また、本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成が、それぞれ原子%で

Al: 1 ~ 10

Ga: 0.5 ~ 4

P: 0 ~ 15

C: 2 ~ 7

B: 2 ~ 10

Fe: 残部

であることを特徴とする。

【0008】本発明のバルク磁心は、先に記載のバルク磁心であって、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成が、それぞれ原子%で

Al: 1 ~ 10

Ga: 0.5 ~ 4

P: 0 ~ 15

C: 2 ~ 7

B: 2 ~ 10

Si: 0 ~ 15

Fe: 残部

であることを特徴とする。また、本発明では、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成に、原子%で Ge が 0 ~ 4%、より好ましくは 0.5 ~ 4% 含有されてもよい。

【0009】本発明では、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成に、原子%で Nb、Mo、Hf、Ta、W、Cr のうちの少なくとも 1 種以上が 7% 以下含有されてもよい。また、本発明では、前記 Fe 基軟磁性金属ガラス合金の組成に、原子%で 10% 以下の Ni と 30% 以下の Co の少なくとも一方が含有されてもよい。

【0010】本発明のバルク磁心は、Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結して得られた焼結体に、300 ~ 500°C の温度範囲の熱処理を施したものであってよい。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。本発明に係るバルク磁心は、例えば円環形状で実現される。このような円環形状のバルク磁心は、後述する Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結して成形することにより磁心本体を形成するか、または、Fe 基軟磁性金属ガラス合金の溶湯を所定の型に流し込み、冷却固化して磁心本体を形成し、これら磁心本体を例えばエポキシ系の樹脂で樹脂被覆するか樹脂ケースに封入して絶縁保護することにより、バルク磁心が得られる。

【0012】また、EI コア型のバルク磁心を実現するためには、Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結し

て成形することにより EI 型コアと I 型コアとを作成し、それらを接合することで磁心本体を形成する。このような磁心本体を、例えばエポキシ系の樹脂で必要部分を樹脂被覆するか樹脂ケースに封入して必要部分を絶縁保護することにより、EI コア型のバルク磁心が得られる。

【0013】図 1 は、円環形状のバルク磁心の一例を示すもので、このバルク磁心 1 は、樹脂製の中空円環状の磁心本体収納ケース 2 の内部に、後述する Fe 基軟磁性金属ガラス合金の粉末を焼結、若しくは、Fe 基軟磁性金属ガラス合金の溶湯を所定の型に流し込んで冷却固化して得られた磁心本体 3 が収納されてなる。磁心本体収納ケース 2 は、例えばポリアセタール樹脂、ポリエチレンテレフタート樹脂等の樹脂を好ましく用いて形成される。また、磁心本体収納ケース 2 の底面 2a 上の 2 カ所には、磁心本体 3 と磁心本体収納ケース 2 とを安定して固定するための接着部材 4 が塗布されている。接着部材を塗布する位置の数は 2 ~ 4 カ所の範囲とするのが好ましい。接着部材 4 としては、エポキシ樹脂、シリコングム等が用いられる。

【0014】次に、本発明に係るバルク磁心 1 をプラズマ焼結法によって製造する方法を説明する。図 2 は本発明に係るバルク磁心 1 を製造するために用いて好適な放電プラズマ焼結装置の一例の要部を示すもので、この例の放電プラズマ焼結装置は、筒型のダイ 11 と、このダイ 11 の内部に挿入される上パンチ 12 および下パンチ 13 と、下パンチ 13 を支え、後述するパルス電流を流す際の一方の電極ともなるパンチ電極 14 と、上パンチ 12 を下側に押圧し、パルス電流を流す他方の電極となるパンチ電極 15 と、上下のパンチ 12、13 に挟まれた原料粉末 16 の温度を測定する熱電対 17 を主体として構成されている。上述の上パンチ 12 及び下パンチ 13 のそれぞれが相互に対向する面には、得ようとする磁心本体の形状に対応した型が形成されている。更に、上述の放電プラズマ焼結装置の要部は、図示しないチャンバ内に収納されている。このチャンバは図示略の真空排気装置および雰囲気ガスの供給装置に接続されていて、上下のパンチ 2、3 の間に充填される原料粉末（粉粒体）16 を不活性ガス雰囲気などの所望の雰囲気下に保持できるように構成されている。

【0015】前記構成の放電プラズマ焼結装置を用いてバルク磁心 1 を製造するには、成型用の原料粉末を用意する。この原料粉末 16 は、後述する所定組成の Fe 基軟磁性金属ガラス合金を、溶製してから鋳造法により、あるいは単ロールもしくは双ロールによる急冷法によって、さらには液中紡糸法や溶液抽出法によって、あるいは高圧ガス噴霧法によって、バルク状、リボン状、線状体、粉末等の種々の形状として製造する工程と、粉末状以外のものは粉碎して粉末化する工程により得られる。

【0016】本発明において用いる Fe 基軟磁性金属ガラス合金は、合金の過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が、2

0K以上、組成によっては40K以上、さらには50K以上という頭脳的な温度間隔を有し、これまでの知見から知られるFe基合金からは全く予期されないものである。しかも、軟磁性についても室温で優れた特性を有しており、これまでの知見に見られない全く新規なものである。

【0017】20K以上の ΔT_x を有するFe基軟磁性金属ガラス合金を得るために、このFe基軟磁性金属ガラス合金に、Fe以外の他の金属元素と半金属元素とを含有させる。このうちFe以外の他の金属とは、周期律表の3B族および4B族の少なくとも1種類以上からなるものであり、具体的にはAl、Ga、In、Ti、Sn、およびPbの少なくとも1種以上が好ましく、中でもAl、Ga、InまたはSnがより好ましい。前記の半金属元素は、P、C、B、GeおよびSiの少なくとも1種以上であることが好ましい。特に、P、C、およびBの少なくとも1種以上を含有させることができ。また、Siを加えることにより、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が向上し、結晶化温度も上昇して熱的により安定したアモルファスとなる。Siの含有量は多すぎると過冷却液体領域 ΔT_x が消滅し、高密度な磁心本体3が得られなくなるので、15原子%以下が好ましい。またこのFe基軟磁性金属ガラス合金は、Nb、Mo、Hf、Ta、W、ZrおよびCrの少なくとも1種以上を含有してもよい。更に、NiとCoの少なくとも一方を含有してもよい。

【0018】より具体的に例示すると、本発明では、その組成が原子%で、Al:1~10、Ga:0.5~4、P:0~15、C:2~7、B:2~10、Fe:残部であって、不可避不純物が含有されても良いFe基軟磁性金属ガラス合金が得られる。また、本発明では、その組成が原子%で、Al:1~10、Ga:0.5~4、P:0~15、C:2~7、B:2~10、Si:0~15、Fe:残部であって、不可避不純物が含有されても良いFe基軟磁性金属ガラス合金が得られる。尚、より大きな過冷却液体領域 ΔT_x を得るために、前記の組成において、PとCを原子%で、P:6~15、C:5~7とすると、より好ましく35K以上の過冷却液体領域 ΔT_x を得ることができる。また、前記の組成において、更にGeを0~4原子%、好ましくは0.5~4原子%の範囲で含有していても良い。また、前記の組成において、更にNb、Mo、Hf、Ta、W、Zr、Crの少なくとも1種以上を7原子%以下含有しても良く、更に、0~10原子%のNi、0~30原子%のCoの少なくとも1種類以上を含有しても良い。

【0019】さらに、前記組成において、Pt、白金族のうち1種以上の元素を添加してもよい。これらの元素の添加量は、多すぎると均一なアモルファス相が得られないで5%以下とするのが好ましい。AlやCr、およびPt、白金族元素を含有することによって、得られ

るFe基軟磁性金属ガラス合金の耐食性が向上する。

【0020】本発明で用いられる前記の組成のFe基軟磁性金属ガラス合金は、室温において磁性を有し、また、熱処理により、より良好な磁性を示すものであり、1.5 $\mu\Omega\text{m}$ 以上の高い比抵抗値を得ることができるものである。なお、Fe基軟磁性金属ガラス合金の製造方法について付言すると、合金の組成、そして製造のための手段と製品の大きさ、形状等によって、好適な冷却速度が決まるが、通常は1~10²K/s程度の範囲を目安とすることができます。そして、実際には、ガラス相(glassy phase)に、結晶相としてのFe₃B、Fe₂B、Fe₃P等の相が析出するかどうかを確認することで決めることができる。

【0021】次に、前記組成の原料粉末16を用意したならばこれを図2に示す放電プラズマ焼結装置の上下のパンチ12、13の間に投入し、チャンバの内部を真空引きするとともに、パンチ12、13で上下から圧力を加えて成形すると同時に、例えば図3に示すようなパルス電流を原料粉末に印加して加熱し、所望の形状の磁心本体3を形成する。この放電プラズマ焼結処理においては、通電電流により原料粉末16を所定の速度で素早く昇温することができ、また、通電電流の値に応じて原料粉末16の温度を厳密に管理できるので、ヒータによる加熱などよりも遥かに正確に温度管理ができる、これにより予め設計した通りの理想に近い条件で焼結ができる。

【0022】本発明において、焼結温度は、原料粉末16を固化成形するために300°C以上とする必要があるが、原料粉末16として用いられるFe基軟磁性金属ガラス合金は、大きな過冷却液体の温度間隔 ΔT_x ($T_x - T_g$)を有しているので、この温度領域で加圧焼結することによって、高密度の磁心本体3を好ましく得ることができる。ただし、焼結温度が結晶化開始温度に近いと、結晶核の生成開始(構造的短範囲秩序化)や結晶析出開始による磁気異方性を生じるので軟磁性特性が劣化するおそれがある。また、放電プラズマ焼結装置の機構上、モニターされる焼結温度はダイ11に設置されている熱電対17の温度であるため、原料粉末16にかかる温度よりも低い温度である。したがって、本発明における焼結温度は、結晶化開始温度を T_x 、焼結温度を T とした場合、好ましくは $T \leq T_x$ の範囲とされる。

【0023】また、特にFe基軟磁性金属ガラス合金にSiを添加した場合は、結晶化開始温度 T_x が上昇し、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が増大するので、より熱的に安定なアモルファス材料となる。したがって、このFe基軟磁性金属ガラス合金を粉末化し、加圧焼結を行うことにより、Siを含有しない原料粉末を用いた場合に比べて、より高密度の磁心本体3を得ることが可能である。

【0024】本発明において、焼結を行う際の昇温速度は、ゆっくりとした昇温速度では結晶相が生成するた

め、40°C/分以上とするのが好ましい。また焼結の際の圧力については、加圧力が低すぎると磁心本体を形成できないため、3t/cm²以上とするのが好ましい。さらに、得られた磁心本体3に熱処理を施してもよく、これにより磁気特性を高めることができる。このときの熱処理温度はキュリー温度以上であり、かつ磁気特性を劣化させる結晶が析出する温度以下とされ、具体的には300~500°Cの範囲が好ましく、より好ましくは300~450°Cとされる。

【0025】このようにして得られた磁心本体3は、原料粉末16として用いられた前記Fe基軟磁性金属ガラス合金と同じ組成を有するものであるから、室温で優れた軟磁性特性を有し、また熱処理により、より良好な磁性を示すものであり、特に比抵抗値が1.5μΩm以上と高いものである。このため、この磁心本体3からなるバルク磁心1は、優れたSoft magnetic特性(軟磁気特性)を有するので、トランスの磁心、チョークコイルの磁心、更には、磁気センサの磁心等に広く適用することができ、従来材に比べて優れた特性の磁心を得ることができる。

【0026】尚、上記説明では、Fe基軟磁性金属ガラス合金からなる原料粉末16を放電プラズマ焼結により成形する方法を用いたが、これに限らず、押し出し法などの方法により加圧焼結することによってもバルク状の磁心本体3を得ることができる。

【0027】更に、本発明のバルク磁心1は、前記Fe基軟磁性金属ガラス合金の溶湯を、所定の型に流し込み、冷却固化することによって得られた磁心本体3を備えることによっても得ることができる。Fe基軟磁性金属ガラス合金の溶湯は、Fe、Al及びGaと、Fe-C合金、Fe-P合金及びBを原料としてそれぞれ所定且秤量した後、減圧Ar雰囲気下においてこれらの原料を例えば高周波誘導加熱装置、アーク炉、るつぼ炉、反射炉等によって溶解することにより得られる。次に、得られた合金溶湯を、所定の形状の型に流し込んで徐冷して固化することにより、所望の形状の磁心本体3が得られる。このようにして得られた磁心本体3は、合金粉末を焼結して得られた磁心本体と同様に、高い密度と優れた軟磁性特性を有するので、トランス、チョークコイル、磁気センサ等の磁心として用いることができる。

【0028】上述のバルク磁心1は、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。)の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20K以上、より好ましくは35K以上であるFe基軟磁性金属ガラス合金の粉末が、プラズマ焼結法によって焼結されることにより、比抵抗の高いバルク状の磁心本体3を得、また、磁心本体3の密度を高くすることができるので、コアロスを小さくすることができる。また、上述のバルク磁心1においては、焼結温度が、結晶化開始温度を T_x 、焼結温度を T とした場合に $T \leq T_x$ の関係

を満足する温度範囲の中で任意に選ばれ、原料であるFe基軟磁性金属ガラス合金と同じ組成を有し、高い飽和磁束密度を有し、優れた透磁率を有する磁心本体3を得ることができるので、コアロスを小さくすることができる。更に、焼結して成形された磁心本体3を熱処理することにより、更に高い飽和磁束密度と、優れた透磁率を発揮させることができる。

【0029】また、上述のバルク磁心1においては、プラズマ焼結法のみならず、合金溶湯を冷却固化するいわゆる鋳造法によっても磁心本体3が得られるので、バルク磁心1の製造コストを低くすることができる。

【0030】また、本発明のFe基軟磁性金属ガラス合金は、Fe以外の他の金属元素と半金属元素とを含有してなり、特にSiを含有することにより、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を大きくすることができるので、合金粉末を焼結する際に焼結温度を高くすることが可能となり、より高密度の磁心本体3が得られるので、バルク磁心1のコアロスを小さくすることができる。

【0031】また、本発明のバルク磁心1は、組成がそれぞれ原子%でAl:1~10、Ga:0.5~4、P:0~15、C:2~7、B:2~10、Fe:残部、若しくは、Al:1~10、Ga:0.5~4、P:0~15、C:2~7、B:2~10、Si:0~15、Fe:残部であり、透磁率に優れ、保磁力が小さく、飽和磁束密度が高く、軟磁気特性に優れたFe基軟磁性金属ガラス合金からなる磁心本体3を備えているので、コアロスを小さくすることができる。

【0032】

【実施例】

(実施例1) Fe、Al及びGaと、Fe-C合金、Fe-P合金及びBを原料としてそれぞれ所定且秤量し、減圧Ar雰囲気下においてこれらの原料を高周波誘導加熱装置で溶解し、原子組成比がFe73Al5Ga2P11C5B4のインゴットを作製した。このインゴットをるつぼ内に入れて溶解し、るつぼのノズルから回転しているロールに溶湯を吹き出して急冷する単ロール法によって、減圧Ar雰囲気下でアモルファス単相組織の急冷薄帯を得た。これをローターミルを用いて大気中で粉碎することで粉末化した。得られた粉末の中で粒径5.3~10.5μmのものを選別して後の工程に原料粉末として使用した。

【0033】約2gの前記原料粉末をWC製のダイスの内部にハンドプレスを用いて充填した後、図2に示すダイスの内部に装填し、チャンバの内部を3×10⁻⁵torrの雰囲気中で上下のパンチで加圧するとともに、通電装置から原料粉末にパルス波を通電して加熱した。パルス波形は図3に示すように12パルス流した後で2パルス休止するものとし、最高4700~4800Aの電流で原料粉末を加熱した。焼結は、試料に6.5t/cm²の圧力をかけた状態で室温から焼結温度まで試料を加

熱させ、約5分間保持することにより焼結を行った。昇温速度は100°C/minとした。尚、上述の上下のパンチは、それぞれが対向する面には型が成形されていないものを使用した。従って、得られた焼結体の形状は、直径10mm、厚さ2mmの円盤状である。

【0034】図4は、Fe73Al5Ga2P11C5B4なる組成の急冷非晶質合金薄帯を粉碎して得られた原料粉末のDSC曲線(Differential scanning calorimeter: 示差走査熱量測定による曲線)を示すものであり、図5は、この粉末を焼結温度430°Cで放電プラズマ焼結して得られた焼結体のDSC曲線を示すものである。図4のDSC曲線より、原料粉末のTx=512°C、Tg=465°C、ΔTx=47°Cが求められる。このように結晶化温度以下の広い温度領域で過冷却液体域が存在しΔTx=Tx-Tgで示される値が大きく、この系の組成の合金が高いアモルファス形成能を有することがわかる。また、図5のDSC曲線より、焼結体のTx=512°C、Tg=465°C、ΔTx=47°Cが求められる。図4および図5の結果より、非晶質合金粉碎粉末と焼結体とのTx、Tg、ΔTxが同じであることがわかる。

【0035】図6は、原料粉末を焼結温度380°C、400°C、430°C、460°Cでそれぞれ放電プラズマ焼結したときの、焼結したままの状態における焼結体のX線回折試験結果を示す。380°C、400°C、および430°Cで焼結した試料では、いずれもハローなパターンとなっており、アモルファス単相組織を有していることがわかる。一方、460°Cで焼結した試料では結晶相を示す鋭いピーク状の回折線が得られている。

【0036】図7は、放電プラズマ焼結法を用いて焼結した際の焼結温度と、得られた焼結体の密度、ならびに焼結後に350°C×15分の熱処理を施したバルク材の透磁率(μe)、保磁力(Hc)、および飽和磁束密度(Bs)との関係を示すものである。この図に示されるように、焼結温度の上昇に伴って焼結体の密度は増大し、430°C以上の焼結温度で焼結することによって、相対密度99.7%以上の高密度の焼結体が得られている。なお、焼結時の圧力を高くすれば、より低い温度でも高密度の成形体を得ることが可能である。また磁気特性については、焼結温度430°C付近までは、保磁力(Hc)はほぼ一定であり、透磁率(μe)および飽和磁束密度(Bs)は温度の上昇にしたがって向上し、特に焼結温度430°Cで優れた軟磁気特性が得られている。これに対して、焼結温度が460°Cになると飽和磁束密度の低下、保磁力の増大、透磁率の低下が生じ、軟磁気特性が大きく劣化している。

【0037】これらの結果より、本実施例では、焼結温度を430°C以下の温度範囲(換算すれば、結晶化開始温度をTx、焼結温度をTとした場合、T≤Txの範囲)とすることによって、高密度であるとともに、焼結したままの状態においてアモルファス単相組織を有し、熱処

理後において良好な軟磁気特性を示す焼結体が得られることがわかる。

【0038】(実施例2) 原子組成比がFe72Al15Ga2P11C6B4であること以外は実施例1と同様にして原料粉末を得た。次に、この原料粉末を、図2に示すプラズマ焼結装置によって、実施例1と同様にして焼結した。このとき、それぞれが対向する面に所定の型を形成された上下のパンチを使用することにより、図1に示すような、外径10mm、内径6mm、厚さ2mmの磁心本体が得られた。この磁心本体を、図1に示すようなポリアセタール樹脂製の中空円環状の磁心本体収納ケースの内部に収納した。このとき、磁心本体収納ケースの底面の2カ所にエポキシ樹脂を塗布して、磁心本体収納ケースと磁心本体とを固定した。このようにしてバルク磁心を得た。

【0039】本実施例のバルク磁心の動作磁束密度とコアロスとの関係を図8に示す。また、比較例としてケイ素鋼板(Si 3.5%)を積層して得た磁心の動作磁束密度とコアロスとの関係を図8に同時に示す。図8から明らかのように、本実施例(○印)及び比較例(○印)の磁心は動作磁束密度の上昇と共にコアロスが増加するが、実施例のバルク磁心は、比較例の磁心よりも、測定した動作磁束密度の範囲内において、常にコアロスが小さいことがわかる。

【0040】

【発明の効果】以上詳細に説明したように、本発明のバルク磁心は、 $\Delta Tx = Tx - Tg$ (ただしTxは結晶化開始温度、Tgはガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔTx が20K以上、より好ましくは35K以上であるFe基軟磁性金属ガラス合金の粉末が、プラズマ焼結法によって焼結されることにより、比抵抗の高いバルク状の磁心本体を得、また、磁心本体の密度を高くすることができるので、コアロスを小さくすることができる。また、上述のバルク磁心は、プラズマ焼結法のみならず、合金溶湯を冷却固化するいわゆる铸造法によっても磁心本体が得られるので、バルク磁心の製造コストを低くすることができる。

【0041】また、本発明のFe基軟磁性金属ガラス合金は、Fe以外の他の金属元素と半金属元素とを含有してなり、特にSiを含有することにより、過冷却液体の温度間隔 ΔTx を大きくすることができるので、合金粉末を焼結する際に焼結温度を高くすることが可能となり、より高密度の磁心本体が得られるので、バルク磁心のコアロスを小さくすることができる。

【0042】また、本発明のバルク磁心は、組成がそれぞれ原子%でAl:1~10、Ga:0.5~4、P:0~15、C:2~7、B:2~10、Fe:残部、若しくは、Al:1~10、Ga:0.5~4、P:0~15、C:2~7、B:2~10、Si:0~15、Fe:残部であり、透磁率に優れ、保磁力が小さく、飽和

磁束密度が高く、軟磁気特性に優れたFe基軟磁性金属ガラス合金からなる磁心本体を備えているので、コアロスを小さくすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施の形態であるバルク磁心を示す分解図である。

【図2】 本発明の実施の形態であるバルク磁心を製造するために用いる放電プラズマ焼結装置の一例の要部構造を示す断面図である。

【図3】 図2に示す放電プラズマ焼結装置で原料粉末に印加するパルス電流波形の一例を示す図である。

【図4】 Fe73Al5Ga2P11C5B4なる組成の合金の粉末のDSC曲線を示す図である。

【図5】 Fe73Al5Ga2P11C5B4なる組成の合金粉末から得た焼結体のDSC曲線を示す図である。

【図6】 Fe73Al5Ga2P11C5B4なる組成の合金粉末を380°C~460°Cで焼結して得られた焼結体のX線回折图形を示す図である。

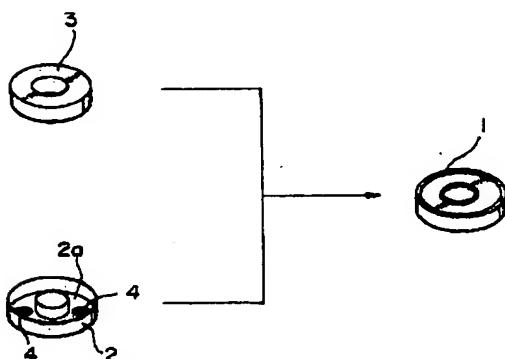
【図7】 Fe73Al5Ga2P11C5B4なる組成の合金粉末から得た焼結体の密度、透磁率、保磁力、飽和磁束密度の焼結温度依存性を示した図である。

【図8】 Fe72Al5Ga2P11C6B4なる組成の合金粉末を焼成して得たバルク磁心の動作磁束密度とコアロスとの関係を示す図である。

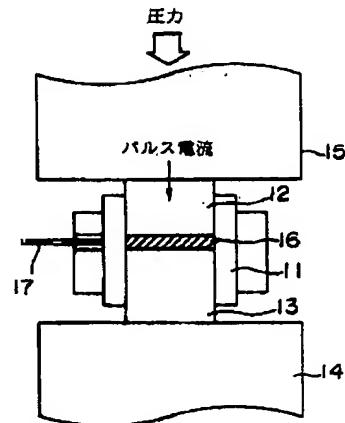
【符号の説明】

- 1 バルク磁心
- 2 磁心本体収納ケース
- 3 磁心本体
- 4 接着部材

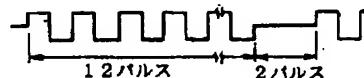
【図1】



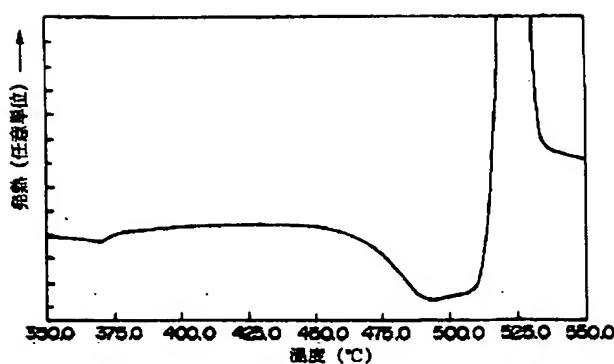
【図2】



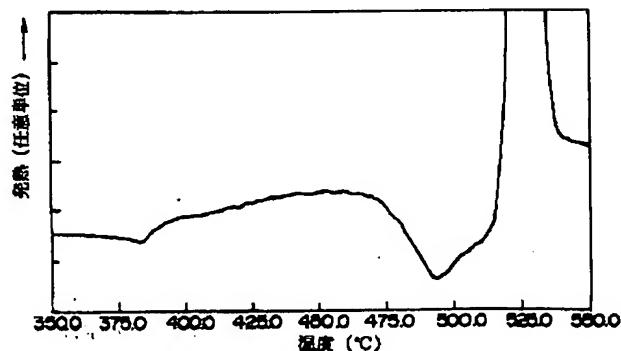
【図3】



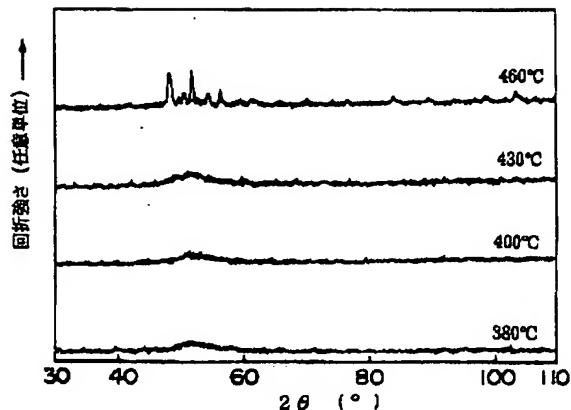
【図4】



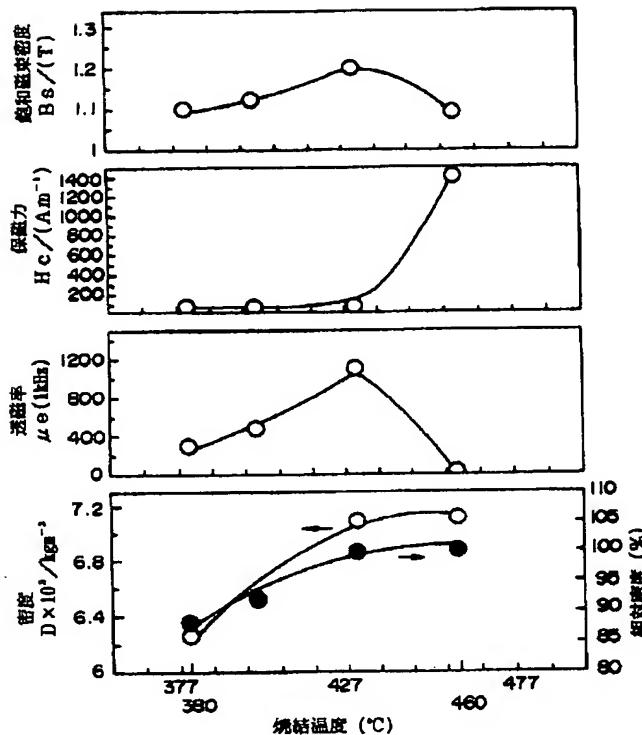
【図5】



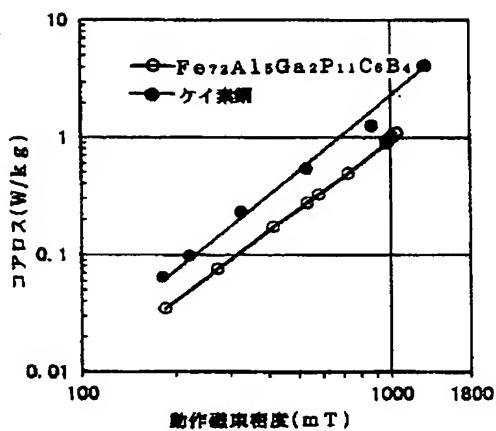
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

H O 1 F 27/24

F I

H O 1 F 27/24

C

(72) 発明者 牧野 彰宏

東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社内

(72) 発明者 井上 明久

宮城県仙台市青葉区川内元支倉35番地 川内住宅11-806